

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-212544

(43)Date of publication of application : 31.07.2002

(51)Int.Cl. C09K 3/14
B02C 17/00
B02C 17/20
// C01F 17/00

(21)Application number : 2001-005161

(71)Applicant : MITSUI MINING & SMELTING CO LTD

(22)Date of filing : 12.01.2001

(72)Inventor : UCHINO YOSHIJI
YAMAZAKI HIDEHIKO

(54) METHOD OF PRODUCING CERIUM OXIDE POLISHING MATERIAL AND CERIUM OXIDE POLISHING MATERIAL PRODUCED BY THE METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the technology that can efficiently produce cerium oxide polishing material with markedly reduced content of coarse grains causing polishing flaws and provide a cerium oxide polishing material that can polish glass surfaces with polishing flaws reduced extremely.

SOLUTION: The raw material of the rare earth mixture including cerium is finely crushed to prepare a raw material for polishing material. The material is fired, cracked and classified to produce the objective cerium polishing material wherein the rare earth mixture is pulverized until the content of the coarse grains with the particle size of $\geq 10 \mu\text{m}$ is reduced to $\leq 500 \text{ ppm}$ in the resultant polishing material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] It is the manufacture approach of the cerium oxide system abrasives characterized by to grind a rare-earth raw material until coarse grain with a particle size [in the abrasives raw material with which said grinding processing is obtained in the manufacture approach of the cerium oxide system abrasives which is what performs roast processing, crack processing, and classification processing] of 10 micrometers or more becomes the content of 500 ppm or less using the abrasives raw material obtained by carrying out grinding processing of the rare-earth raw material containing a cerium.

[Claim 2] The rare earth raw material concentration of the slurry for grinding which depends grinding processing on a wet mold mill, and mixes and produces a rare earth raw material and a liquid is the manufacture approach of the cerium oxide system abrasives according to claim 1 made into 10 - 70wt% by weight conversion.

[Claim 3] The manufacture approach of the cerium oxide system abrasives according to claim 2 using the thing whose tumbling media used with a wet mold mill are balls and this whose ball diameter is 0.2-10mm.

[Claim 4] claim 1 which is what measures the amount of coarse grain contained in an abrasives raw material during grinding processing or after grinding processing - claim 3 -- the manufacture approach of a cerium oxide abrasives given in either.

[Claim 5] The abrasives raw material characterized by coarse grain with a particle size of 10 micrometers or more contained in an abrasives raw material being the content of 500 ppm or less in the abrasives raw material which carried out grinding processing of the rare earth raw material containing a cerium.

[Claim 6] The cerium oxide system abrasives obtained by the manufacture approach of the cerium oxide system abrasives indicated to claim 1 - claim 4.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of a cerium oxide system abrasives.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, the cerium oxide system abrasives is used for polishing of various glass ingredients. This has large cutting speed compared with the abrasives with which the abrasives of a cerium oxide system consists of an oxidization zirconia, a silicon dioxide, etc., is excellent in polishing effectiveness, and is because polishing precision is also good. Recently, a cerium oxide system abrasives is used also for polishing of the glass ingredient used for electrical and electric equipment, such as glass for an optical disk or magnetic disks, and a liquid crystal display (LCD) glass substrate, from polishing of usual sheet glass, and the field of the invention tends to spread increasingly.

[0003] Such a cerium oxide system abrasives is manufactured using the abrasives raw material obtained by carrying out grinding processing of the rare earth raw materials obtained with the rare earth ore called the chlorination rare earth obtained with the rare earth raw material containing a cerium, for example, the rare earth ore called monazite, bastnaesite ore, and the complex ore from China, such as an oxidation rare earth and a carbonic acid rare earth. As fundamental flow of the manufacture approach of this cerium oxide system abrasives, roast processing of the abrasives raw material which carried out grinding processing is carried out, and grinding processing for the second time, i.e., crack processing, is performed. And eventually, classification processing is performed and it is produced commercially as a cerium oxide system abrasives with predetermined mean particle diameter.

[0004] Thus, considering as predetermined mean particle diameter is important for the cerium oxide system abrasives obtained, and it still needs to reduce the content of the coarse grain used as generating of a polishing crack so that the polishing property doubled with the object from rough finishing to the last finishing can be realized. Therefore, it is carried out by managing especially strictly down stream processing near product completion, i.e., classification processing, and crack processing.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] It is possible to obtain the cerium oxide system abrasives which can polish the object by making it predetermined mean particle diameter and reducing the coarse-grain content in an abrasives by the crack processing in the manufacture approach of this cerium oxide system abrasives and subsequent classification processing. However, it cannot say performing crack processing and classification processing strictly as a thing not much desirable [considering the viewpoint of productive efficiency], but the method of manufacturing a cerium oxide system abrasives more efficiently is searched for.

[0006] And with the latest glass ingredient into which polishing is performed using a cerium oxide system abrasives, it is the inclination that it can ask for the smooth nature on the front face of glass after polishing more severely, and the actual condition is that the abrasives which can perform polishing which does not generate a polishing crack as much as possible especially is demanded strongly.

[0007] This invention decreases remarkably the coarse-grain content which is made under such a situation and causes [of a polishing crack] generating, and aims at offer of the technique in which a cerium oxide system abrasives can be manufactured efficiently. And the cerium oxide system abrasives which can polish the condition of having controlled generating of the polishing crack on the front face of glass as much as possible is offered.

[0008]

[Means for Solving the Problem] It found out being influenced greatly for the grace of the abrasives raw material obtained by the coarse-grain content in the cerium oxide system abrasives which is a final product when this invention person etc. performs examination detailed about the manufacture approach of a cerium oxide system abrasives carrying out grinding processing of the abrasives raw material which performs roast processing, i.e., the rare earth raw material containing a cerium, in order to solve the above-mentioned technical problem. That is, when the amount of the coarse grain contained in the abrasives raw material which is obtained by carrying out grinding processing of the rare earth raw material containing a cerium, and which carried out grinding processing was controlled, it became clear that the coarse-grain content of the cerium oxide system abrasives used as a product could be reduced.

[0009] It traced becoming the inclination which the coarse-grain content in the cerium oxide system abrasives which is a final product increases, and the crack at the time of polishing more specifically tends to generate even if it will perform subsequent roast processing, crack processing, and classification processing, if it is by ***** to which coarse grain with a particle size of 10 micrometers or more exceeds 500 ppm in the abrasives raw material obtained by carrying out grinding processing of the rare earth raw material.

[0010] Based on such knowledge, using the abrasives raw material obtained by carrying out grinding processing of the rare earth raw material containing a cerium, by this invention, said grinding processing shall grind a rare earth raw material in the manufacture approach of the cerium oxide system abrasives which is what performs roast processing, crack processing, and classification processing until coarse grain with a particle size [in the abrasives raw material obtained] of 10 micrometers or more becomes the content of 500 ppm or less.

[0011] According to the manufacture approach of this invention, even if it has not managed crack processing and classification processing strictly like before, the cerium oxide system abrasives with which the coarse-grain content was reduced can be obtained easily, and productive efficiency also improves.

[0012] The coarse grain in this invention has several or more times as large a particle size as the mean particle diameter of the abrasives particle which constitutes the cerium oxide system abrasives as a final product, and says a thing with the particle size of 10 micrometers or more. It becomes easy to generate a crack with **** rare ***** to which coarse grain with a particle size [this] of 10 micrometers or more exceeds 500 ppm by the weight ratio in the abrasives raw material obtained by carrying out grinding processing of the rare earth raw material in the case of polishing. And it is more desirable to grind a rare earth raw material in the grinding processing in this invention, until coarse grain with a particle size of 10 micrometers or more becomes the concentration of 100 ppm or less to an abrasives raw material. It is because the amount of coarse grain contained in the cerium oxide system abrasives which is a final product decreases remarkably, stops almost producing a polishing crack and can consider as the cerium oxide system abrasives for finishing polishing of high degree of accuracy, if it is made 100 ppm or less.

[0013] There is especially no limit about the grinding approach [in / with the manufacture approach concerning this invention / grinding processing of a rare earth raw material], and grinding conditions. What is necessary is to lengthen the grinding processing time and just to perform it until the coarse-grain content to an abrasives raw material is set to 500 ppm or less as the grinding approach of realizing the manufacture approach of this invention most simply, using the same grinder as the former. That is, what is necessary is to adjust grinding conditions and just to perform grinding processing so that the coarse-grain content in the abrasives raw material obtained may be set to 500 ppm or less in case a rare earth raw material is ground.

[0014] Dry type or wet are fair and a jet pulverizer, a ball mill, a planetary mill, a vibration mill, etc. are applicable to grinding processing of the rare earth raw material in the manufacture approach of this invention. However, since the homogeneity of the particle formed of grinding is inferior in the case of a dry type mold mill, there is an inclination for coarse grain with a particle size of 10 micrometers or more to remain mostly. So, when adopting a dry type mold mill, it is desirable to make it reduce a coarse-grain content efficiently by using the dry type mold mill which has a classification function by which injury blowdown is pulverized and carried out, for example etc. On the other hand, since the homogeneity of the particle formed of grinding is excellent in the case of a wet mold mill, by the manufacture approach of this invention, it can be called what has desirable applying a wet mill.

[0015] When using a wet mold mill in the manufacture approach of this invention, it is desirable to perform grinding processing for the rare earth raw material concentration of the slurry for grinding which mixes and

produces a rare earth raw material and a liquid as 10 - 70wt% by weight conversion. Although this slurry for grinding is produced by mixing a rare earth raw material and liquids, such as water or an organic solvent, the rare earth raw material concentration in this slurry for grinding influences greatly the grinding processing effectiveness in a wet mold mill. When this invention persons investigated various wet mold mills, slurry volume increased that the rare earth raw material concentration of the slurry for grinding was less than [10wt%] in weight conversion, and the inclination for effectiveness to worsen was checked by the grinding time amount target. Moreover, when 70wt% was exceeded, it was checked that the viscosity of a slurry becomes large and mixing at the time of slurry production and the grinding processing itself become difficult. Therefore, in the case of a wet mold mill, if the slurry for grinding of the density range of the above-mentioned rare earth raw material is used, grinding processing good in productive efficiency can be performed.

[0016] Moreover, when using a ball as tumbling media in a wet mold mill, as for this ball diameter, it is desirable to use a 0.2-10mm thing. It is for possibility that it becomes difficult to separate the abrasives raw material ground as it is less than 0.2mm in diameter, and the ball which is tumbling media, and tumbling media remain as a foreign matter of an abrasives raw material to arise. Moreover, it is because the efficiency of comminution worsens that it is a diameter exceeding 10mm and very long grinding time amount must be taken. Moreover, as for the ball which is these tumbling media, it is desirable to use what consists of construction material, such as steel, cemented carbide, wear resisting steel, an alumina, and a zirconia.

[0017] And in the manufacture approach concerning this invention, it is desirable to measure the amount of coarse grain contained in an abrasives raw material during grinding processing or after grinding processing. As far as this invention person etc. gets to know, generally by the conventional manufacture approach, managing the coarse-grain content in the abrasives raw material obtained by carrying out grinding processing of the rare earth raw material not having been performed, and measuring a coarse-grain content in crack processing or classification processing is performed. Then, like this invention, the coarse-grain content in an abrasives raw material is measured during grinding processing of a rare earth raw material or after grinding processing, and if grinding down stream processing is managed so that coarse grain with a particle size of 10 micrometers or more may be set to 500 ppm or less, the cerium oxide system abrasives with which the coarse-grain content was reduced can be manufactured with sufficient productive efficiency, even if it eases comparatively and manages crack processing of an after process, and classification processing.

[0018]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the gestalt of suitable operation of this invention is explained.

[0019] The operation [1st] gestalt: This 1st operation gestalt shows the case where grinding processing is performed using wet type attritor as a grinder, using respectively an oxidation rare earth (95% (hereafter referred to as TREO) of total oxidation rare earth contents, 60% of cerium oxide contents in TREO), and a temporary-quenching carbonic acid rare earth (60% of cerium oxide contents in TREO85% and TREO) as a rare earth raw material. the oxidation rare earth which is a rare earth raw material here -- the carbonic acid rare earth from China -- a chemical treatment -- carrying out -- 900 degrees C -- temporary quenching treatment is carried out. Moreover, the temporary-quenching carbonic acid rare earth used as the rare earth raw material carries out the chemical treatment of the carbonic acid rare earth from China, it heat-treats temporary-quenching temperature of 600 degrees C low a little, and a part is used as an oxidation rare earth.

[0020] And the attritor (Mitsui Mining [Co., Ltd.] Co., Ltd. make) which is a grinder is named the so-called high energy ball mill generically, and used the thing of grinding tank capacity 5.4L. As tumbling media, the steel crushing steel ball with a diameter of 5mm was used. The slurry for grinding mixed and produced 3kg of rare earth raw materials, and pure-water 3L so that it might become 50wt% (about 850 g/L) rare earth raw material concentration.

[0021] Grinding processing fed the produced slurry for grinding and 12kg of crushing steel balls into the grinding tank of attritor, and was performed by rotating the agitator arm prepared in the tank by 250rpm. Using each raw material of the above-mentioned carbonic acid rare earth and a temporary-quenching carbonic acid rare earth, time amount was changed and grinding processing was carried out. And the mean particle diameter and the coarse-grain content of each abrasives raw material after grinding processing were measured. The result is shown in a table 1. The case where examples 6-10 are temporary-quenching carbonic acid rare earths is shown among a table 1 by the case where examples 1-5 are carbonic acid rare earths. Moreover, as shown in a table 1, grinding processing was made into the grinding time amount of a maximum of 5 hours from 1 hour.

[0022]

[A table 1]

	粉砕時間 (hr)	平均粒径 a (μ m)	平均粒径 b (μ m)	粗粒子含有量 (ppm)
実施例 1	1	2.54	1.00	12190
実施例 2	2	2.46	0.88	840
実施例 3	3	2.04	0.78	150
実施例 4	4	1.55	0.70	50
実施例 5	5	1.52	0.66	20
実施例 6	1	2.27	0.49	1440
実施例 7	2	1.98	0.46	120
実施例 8	3	1.82	0.41	30
実施例 9	4	1.57	0.41	10
実施例 10	5	1.43	0.39	<10

[0023] The mean particle diameter indicated to a table 1 was measured from what dried the slurry after grinding processing at the temperature of 120 degrees C, and was used as fine particles. And mean particle diameter a is what was measured by the micro truck method for having used laser diffraction, and is a particle-size value (D50) in 50% of volume accumulation particle-size-distribution frequencies. Moreover, a mean diameter b is the numeric value acquired by the Blaine method using air transparency.

[0024] And the coarse-grain content in the abrasives raw material after grinding processing was measured as follows. First, it changed into the condition of having carried out churning mixing of the slurry after grinding processing at homogeneity, and filtration processing was carried out by ***** called the Micro sieve (sale: Assosication of Powder Process Industry and Engineering, Japan) of 10 micrometers of apertures in the extraction slurry, residue of a plus sieve was again made into the slurry, again, fixed capacity extraction is carried out and coarse-grain weight with a particle size of 10 micrometers or more was measured [filtration processing was carried out by the above-mentioned ***** , the residue of the plus sieve was dried at 120 degrees C, and]. And the rate of coarse-grain solid content was computed by breaking this coarse-grain weight value by extraction capacity value. Moreover, the rate of total solids in a slurry was computed by drying separately the extraction slurry which carried out fixed capacity extraction at 120 degrees C as it is, measuring the total fine-particles weight in an extraction slurry, and breaking the total fine-particles weight value by extraction capacity value. Thus, with the rate of coarse-grain solid content and the rate of total solids which were obtained, the coarse-grain content with a particle size [in the abrasives raw material after grinding processing] of 10 micrometers or more was computed.

[0025] When a carbonic acid rare earth was used as a rare earth raw material and grinding processing of about 3 hours was performed, on the grinding processing conditions in this first operation gestalt, it was checked that a coarse-grain content with a mean particle diameter of 10 micrometers or more is made to 500 ppm or less, so that it might turn out that a table 1 is seen. Moreover, in the case where a temporary-quenching carbonic acid rare earth is used as a rare earth raw material, when grinding processing of about 2 hours was performed, it was checked that a coarse-grain content is similarly made to 500 ppm or less.

[0026] Next, each abrasives raw material of these examples 1-10 by which grinding processing was carried out is used, a cerium oxide system abrasives is manufactured, and the result of having performed polishing characterization of each abrasives is explained. Each abrasives raw material with which grinding processing of the examples 1-10 was carried out added the ammonium fluoride solution to ejection and this slurry in the state of the slurry, filtered it after washing with pure water, and obtained the cake. And each cerium oxide system abrasives was obtained after drying this cake by carrying out roast processing for 5 hours, and carrying out classification processing after crack processing at predetermined temperature. The cerium oxide system abrasives with which F (fluorine) grace differs was manufactured by performing roast processing after cake desiccation at two roast temperature, 1100 degrees C and 800 degrees C, and changing and carrying out the chemical treatment of the concentration of an ammonium fluoride solution further. The grinder called an atomizer (a trade name, the Tokyo atomizer company make) performs crack processing here, the thing with a roast temperature of 1100 degrees C of classification processing is 10 micrometers of cut sizes using a dry-type vertical mold pneumatic elutriation machine, and a thing with a roast temperature of 800 degrees C is performed

as 8 micrometers of cut sizes.

[0027] The cerium oxide system abrasives was manufactured using the abrasives raw material of the examples 1-10 shown in a table 1 as mentioned above, the polishing trial was performed, and the polishing property of each abrasives was investigated. The polishing trial used the high-speed polishing testing machine, and polished using the polishing pad made from polyurethane by using way silica glass (trade name BK7) as a polished object. Polishing conditions made water distribute each cerium oxide system abrasives, supplied the abrasives slurry made into concentration 15wt% at the rate of 5 L/min, set it as the pressure of 2.94×10^6 Pa (30 kgf/cm²) and rotational-speed 3000rpm to a polishing side, and were performed. Polishing time amount was set as for 1 minute.

[0028] Assessment of a polishing property measured the glass thickness before and behind polishing about the way silica glass which is a polished object, and was performed by measuring this thickness loss in quantity as a polishing value. Moreover, it carried out by observing the glass front face after polishing and checking the existence of a surface blemish (crack). The glass surface observation after this polishing irradiates a 300,000 luxs halogen lamp, observes with a reflection method, and carries out mark attachment with the magnitude of a blemish, and its number, and an assessment value is defined by the demerit mark method from full marks. In a table 2, the result of the polishing value by each cerium oxide system abrasives and polishing crack assessment is indicated.

[0029]

[A table 2]

	F品位; 7 % 焙焼温度; 1100℃			F品位; 5 % 焙焼温度; 800℃		
	研摩値 (μm)	☆評価 (点)	粗粒子 含有量 (ppm)	研摩値 (μm)	☆評価 (点)	粗粒子 含有量 (ppm)
実施例 1	35.0	60	1900	25.1	62	1300
実施例 2	34.5	70	1700	24.8	71	1650
実施例 3	35.2	90	850	24.9	90	720
実施例 4	35.5	95	520	25.2	96	330
実施例 5	34.7	97	300	25.0	98	200
実施例 6	34.8	75	1500	25.0	77	1200
実施例 7	35.0	93	630	25.2	94	470
実施例 8	35.0	96	450	25.3	97	330
実施例 9	35.1	100	150	24.8	99	110
実施例 10	35.0	100	50	25.1	100	30

(粗粒子含有量: 酸化セリウム研摩材中の粒径 10 μm以上の粗粒子含有量)

[0030] Although the polishing property of each abrasives was not greatly different in polishing value as shown in a table 2, the coarse-grain content in an abrasives raw material is [a crack assessment value] 80 or more points about a thing 500 ppm or less (the examples 3-5, examples 7-8 which were shown with a table 1), and generating of a polishing crack was controlled. In addition, the coarse-grain content of * mark shown with a table 2 is the result of measuring the amount of coarse grain with a particle size of 10 micrometers or more contained in a cerium oxide system abrasives. There is that * coarse-grain content (table 2) of the cerium oxide system abrasives which is this final product is larger than the coarse-grain content (table 1) in an abrasives raw material for a particle condensing and the roast processing after grinding processing forming coarse grain with a particle size of 10 micrometers or more so much (the same is said of the table 3 and table 4 which are shown below).

[0031] It was what is not obtained if the strict manufacture condition management which sets up smaller than the cut size in the classification processing explained with this 1st operation gestalt the cerium oxide system abrasives of the crack assessment value level (95 or more points) in the example 4 shown in a table 2 or 5, and examples 8-10, performs classification processing, or repeats crack processing and classification processing and performs them is not carried out conventionally. However, even if it did not perform especially crack processing at an after process, and classification processing strictly by setting to 100 ppm or less the coarse-grain content in the abrasives raw material obtained by carrying out grinding processing of the rare earth raw material containing a cerium so that the result of this 1st operation gestalt might show, the coarse-grain content was reduced and it turned out that the cerium oxide system abrasives which can realize polishing of high degree of

accuracy is obtained easily.

[0032] The operation [2nd] gestalt: Use bastnaesite concentration (50% of cerium oxide contents in TREO70% and TREO) as a rare earth raw material with this 2nd operation gestalt, and it is SC of a wet mold as a grinder. The case where grinding processing is performed using MILL (trade-name "*****" type SCs 220/70: Mitsui Mining Co., Ltd. make) is shown. Here, the bastnaesite concentration which is a rare earth raw material is obtained by sifting a bastnaesite ore.

[0033] And SC of the wet type which is a grinder It is a large quantity cycloid type grinder, and it consists of churning Rota of cylindrical shape grinding circles, and a separator formed in the periphery side, and churning Rota is rotated, a centrifugal force is generated, a periphery side carries out the separator of the tumbling media, and MILL generates shearing force conjointly powerful between tumbling media with rotation of churning Rota, and performs grinding processing. As tumbling media, the crushing steel ball with a diameter of 0.5mm made from a zirconia was used. The slurry for grinding mixed and produced 20kg of rare earth raw materials, and pure-water 20L so that it might become 50wt% (about 850 g/L) rare earth raw material concentration.

[0034] Grinding processing supplies the produced slurry for grinding to a circulation tank, and is SC. As it circulated through the grinding slurry in a circulation tank by 15 L/min to the MILL grinder (4.8kg of crushing steel balls), it was performed to it. The grinding processing time was changed for 30 and 60 or 90 minutes, and was performed (examples 11-13). And the mean particle diameter and the coarse-grain content of an abrasives raw material which were obtained by each grinding processing time were measured. About the measuring method of the mean particle diameter at this time, and a coarse-grain content, it is the same as that of what was explained with the 1st operation gestalt. However, clearance processing of the magnetic particle by the magnetic filter performed with the 1st operation gestalt is not performed to the grinding slurry after the grinding processing in this case.

[0035] Moreover, the cerium oxide system abrasives was manufactured using the abrasives raw material obtained by each grinding processing time. The manufacture conditions at this time filter the abrasives raw material which carried out grinding processing in the state of a slurry, filter ejection and this slurry after washing with pure water, obtain a cake, after drying this cake, at 850 degrees C, carry out roast processing for 5 hours, and carry out classification processing after crack processing. Crack processing and classification processing (8 micrometers of cut sizes) are the same as that of the above-mentioned 1st operation gestalt. In addition, in the cerium oxide system abrasives of this 2nd operation gestalt, since F (fluorine) is contained in bastnaesite concentration, the chemical treatment of F (fluorine) is not performed.

[0036] And the polishing property of each abrasives obtained by doing in this way was investigated. Since it is the same as that of the above-mentioned 1st operation gestalt also about the polishing characterization approach of this abrasives, explanation is omitted. The mean particle diameter and the coarse-grain content measurement result, and polishing property results of an investigation of an abrasives raw material in this 2nd operation gestalt are shown in a table 3. In addition, all of about F articles of the examples 11-13 shown in a table 3 were about 5.5%.

[0037]

[A table 3]

	粉碎時間 (min)	平均粒径 a (μ m)	平均粒径 b (μ m)	粗粒子 含有量 (ppm)	研摩値 (μ m)	研 評価 (点)	粗粒子 含有量 (ppm)
実施例 11	3 0	0. 97	0. 93	531	26	79	1020
実施例 12	6 0	0. 79	0. 75	113	25	91	700
実施例 13	9 0	0. 69	0. 67	81	25	93	450

(粗粒子含有量：酸化セリウム研摩材中の粒径 10 μ m以上の粗粒子含有量)

[0038] It is SC, using bastnaesite concentration as a rare earth raw material, as shown in a table 3. It became clear that a polishing crack was reduced in the cerium oxide system abrasives obtained by that cause by performing grinding processing a grade for 60 minutes by MILL by setting the coarse-grain content in an abrasives raw material to 500 ppm or less.

[0039] The operation [3rd] gestalt: This 3rd operation gestalt shows the case where grinding processing is performed using the bead mill of a wet mold as a grinder, using the oxidization rare earth used with the 1st operation gestalt as an abrasives raw material.

[0040] And the bead mill of the wet mold which is a grinder is trade name die no mill:KDL-PILOT. A mold (SHIMMARU Enterprises company make) was used. This die no mill carries out the cylinder container (1.4L) used as a grinding tank every width, and performs grinding processing. As tumbling media, the crushing steel ball with a diameter of 1.25mm made from a zirconia was used. The slurry for grinding mixed and produced 2kg of rare earth raw materials, and pure-water 2L so that it might become 50wt% (about 850 g/L) rare earth raw material concentration.

[0041] Grinding processing made the bead mill (4.15kg of crushing steel balls) carry out whole-quantity passage of the produced slurry for grinding in setting-out flow rate 0.5 L/min, and was performed by repeating this actuation two or more times. This count of passage adjusted the grinding processing time, and the grinding processing time was changed for 13 and 19 or 25 minutes, and was performed (examples 14-16). And the mean particle diameter and the coarse-grain content of an abrasives raw material after the grinding processing which processed by each grinding processing time were measured. About the measuring method of the mean particle diameter at this time, and a coarse-grain content, it is the same as that of what was explained with the 1st operation gestalt. However, clearance processing of the magnetic particle by the magnetic filter performed with the 1st operation gestalt is not performed to the slurry after the grinding processing in this case.

[0042] Moreover, the cerium oxide system abrasives was manufactured using the abrasives raw material obtained by each grinding processing time. The manufacture conditions at this time are the same as that of the case of the above-mentioned 1st operation gestalt. In addition, roast temperature is 850 degrees C and the cut size in classification processing is 8 micrometers.

[0043] And the polishing property of the cerium oxide system abrasives obtained by doing in this way was investigated. About the polishing characterization approach of an abrasives, it is the same as that of the above-mentioned 1st operation gestalt. The mean particle diameter and the coarse-grain content measurement result, and polishing property results of an investigation of an abrasives raw material in this 3rd operation gestalt are shown in a table 4. In addition, all of about F articles of the examples 14-16 shown in a table 4 were about 5%.

[0044]

[A table 4]

	粉砕時間 (min)	平均粒径 a (μ m)	平均粒径 b (μ m)	粗粒子 含有量 (ppm)	研摩値 (μ m)	研 評価 (点)	粗粒子 含有量 (ppm)
実施例 14	1 3	0.90	0.91	314	26	83	1000
実施例 15	1 9	0.84	0.84	74	25	93	430
実施例 16	2 5	0.83	0.79	59	26	95	380

(*粗粒子含有量：酸化セリウム研摩材中の粒径 10 μ m以上の粗粒子含有量)

[0045] As shown in a table 4, the carbonic acid rare earth was used as the rare earth raw material, the coarse-grain concentration in an abrasives raw material was set to 500 ppm or less by performing grinding processing a grade for 13 minutes with a bead mill, and it became clear that generating of a polishing crack was controlled in the cerium oxide system abrasives obtained by that cause.

[0046]

[Effect of the Invention] According to this invention, it becomes possible to manufacture easily the cerium oxide system abrasives which reduced the coarse-grain content, without managing crack processing and classification processing strictly like before. Therefore, even if it is the cerium oxide system abrasives of which highly precise polishing is required, it becomes possible to manufacture with sufficient productive efficiency.

[Translation done.]

METHOD OF PRODUCING CERIUM OXIDE POLISHING MATERIAL AND CERIUM OXIDE POLISHING MATERIAL PRODUCED BY THE METHOD

Patent number: JP2002212544
Publication date: 2002-07-31
Inventor: UCHINO YOSHIJI; YAMAZAKI HIDEHIKO
Applicant: MITSUI MINING & SMELTING CO
Classification:
- International: C09K3/14; B02C17/00; B02C17/20; C01F17/00
- european:
Application number: JP20010005161 20010112
Priority number(s): JP20010005161 20010112

Report a data error here

Abstract of JP2002212544

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the technology that can efficiently produce cerium oxide polishing material with markedly reduced content of coarse grains causing polishing flaws and provide a cerium oxide polishing material that can polish glass surfaces with polishing flaws reduced extremely. **SOLUTION:** The raw material of the rare earth mixture including cerium is finely crushed to prepare a raw material for polishing material. The material is fired, cracked and classified to produce the objective cerium polishing material wherein the rare earth mixture is pulverized until the content of the coarse grains with the particle size of $\geq 10 \mu m$ is reduced to ≤ 500 ppm in the resultant polishing material.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-212544
(P2002-212544A)

(43) 公開日 平成14年7月31日 (2002.7.31)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 4 D 0 6 3
B 0 2 C 17/00		B 0 2 C 17/00	D 4 G 0 7 6
17/20		17/20	
// C 0 1 F 17/00		C 0 1 F 17/00	A

審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2001-5161(P2001-5161)

(22) 出願日 平成13年1月12日 (2001.1.12)

(71) 出願人 000006183

三井金属鉱業株式会社
東京都品川区大崎1丁目11番1号

(72) 発明者 内野 義嗣

東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社素材事業本部レアメタル事業部内

(72) 発明者 山▲崎▼ 秀彦

東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金属鉱業株式会社素材事業本部レアメタル事業部内

(74) 代理人 100111774

弁理士 田中 大輔

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸化セリウム系研摩材の製造方法及びその方法により得られた酸化セリウム系研摩材

(57) 【要約】

【課題】 研摩キズの発生原因となる粗粒子含有量を著しく減少して、酸化セリウム系研摩材を効率的に製造できる技術の提供し、ガラス表面への研摩キズの発生を極力抑制した状態の研摩が可能な酸化セリウム系研摩材を提供する。

【解決手段】 セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研摩材原料を用いて、焙焼処理、解砕処理、分級処理を行うものである酸化セリウム系研摩材の製造方法において、粉碎処理は、得られる研摩材原料における粒径10 μ m以上の粗粒子が500 ppm以下の含有量になるまで希土類原料を粉碎するものとした。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料を用いて、焙焼処理、解砕処理、分級処理を行うものである酸化セリウム系研磨材の製造方法において、

前記粉碎処理は、得られる研磨材原料における粒径10 μm 以上の粗粒子が500ppm以下の含有量になるまで希土類原料を粉碎することを特徴とする酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項2】 粉碎処理は湿式型ミルによるものであり、希土類原料と液体とを混合して作製する粉碎用スラリーの希土類原料濃度は、重量換算で10～70wt%としたものである請求項1に記載の酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項3】 湿式型ミルで使用する粉碎媒体がボールであり、該ボール直径が0.2～10mmであるものを用いる請求項2に記載の酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項4】 粉碎処理中又は粉碎処理後に、研磨材原料に含まれる粗粒子量を測定するものである請求項1～請求項3いずれかに記載の酸化セリウム系研磨材の製造方法。

【請求項5】 セリウムを含む希土類原料を粉碎処理した研磨材原料において、研磨材原料に含まれる粒径10 μm 以上の粗粒子が500ppm以下の含有量であることを特徴とする研磨材原料。

【請求項6】 請求項1～請求項4に記載する酸化セリウム系研磨材の製造方法により得られた酸化セリウム系研磨材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸化セリウム系研磨材の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、種々のガラス材料の研磨に酸化セリウム系研磨材が使用されている。これは、酸化セリウム系の研磨材が、酸化ジルコニアや二酸化ケイ素等からなる研磨材に比べて切削速度が大きく、研磨効率に優れ、研磨精度も良好であることによる。酸化セリウム系研磨材は、通常の板ガラスの研磨から、最近では、光ディスクや磁気ディスク用のガラス、液晶ディスプレイ(LCD)ガラス基板等の電気・電子機器に用いられるガラス材料の研磨にも用いられ、その利用分野は益々広がる傾向にある。

【0003】このような酸化セリウム系研磨材は、セリウムを含む希土類原料、例えば、モナザイトと呼ばれる希土鉱石により得られる塩化希土や、バストネサイト鉱石や中国産複雑鉱と呼ばれる希土鉱石により得られる酸化希土や炭酸希土等の希土類原料を、粉碎処理して得られ

る研磨材原料を用いて製造される。この酸化セリウム系研磨材の製造方法の基本的な流れとしては、粉碎処理した研磨材原料を焙焼処理して、再度の粉碎処理、即ち、解砕処理を行う。そして、最終的には、分級処理を行い、所定の平均粒径を有した酸化セリウム系研磨材として製品化されるものである。

【0004】このようにして得られる酸化セリウム系研磨材は、粗仕上げから最終仕上げまでの目的に合わせた研磨特性が実現できるように、所定の平均粒径とされていることが重要であり、更に、研磨キズの発生となる粗粒子の含有量を低減することが必要である。そのため、製品完成に近い処理工程、即ち、分級処理、解砕処理を、特に厳密に管理して行われる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】この酸化セリウム系研磨材の製造方法における解砕処理及びその後の分級処理により、所定の平均粒径にして、研磨材中の粗粒子含有量を低減させることで、目的の研磨が行える酸化セリウム系研磨材を得ることは可能である。しかしながら、解砕処理、分級処理を厳密に行うことは生産効率の観点からすると、あまり好ましいものとはいえず、より効率的に酸化セリウム系研磨材を製造する方法が求められている。

【0006】そして、酸化セリウム系研磨材を用いて研磨が行われる最近のガラス材料では、研磨後のガラス表面の平滑性を、より厳しく求められる傾向で、特に、研磨キズを極力発生しない研磨が行える研磨材を強く要望されているのが現状である。

【0007】本発明は、このような事情の下になされたものであり、研磨キズの発生原因となる粗粒子含有量を著しく減少して、酸化セリウム系研磨材を効率的に製造できる技術の提供を目的とする。そして、ガラス表面への研磨キズの発生を極力抑制した状態の研磨が可能な酸化セリウム系研磨材を提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため、本発明者等は酸化セリウム系研磨材の製造方法について詳細な検討を行ったところ、最終製品である酸化セリウム系研磨材中の粗粒子含有量が、焙焼処理を行う研磨材原料、即ち、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料の品位に大きく影響されることを見出したのである。即ち、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる粉碎処理した研磨材原料に含まれる粗粒子の量を制御すると、製品となる酸化セリウム系研磨材の粗粒子含有量を低減できることが判明したのである。

【0009】より具体的には、希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料において、粒径10 μm 以上の粗粒子が500ppmを超える量含んでいると、その後の焙焼処理、解砕処理、分級処理を行っても、最終製品で

ある酸化セリウム系研摩材における粗粒子含有量が多くなり、研摩時のキズが発生しやすい傾向になることを突き止めたのである。

【0010】このような知見に基づき、本発明では、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研摩材原料を用いて、焙焼処理、解砕処理、分級処理を行うものである酸化セリウム系研摩材の製造方法において、前記粉碎処理は、得られる研摩材原料における粒径 $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒子が 500ppm 以下の含有量になるまで希土類原料を粉碎するものとした。

【0011】本発明の製造方法によれば、従来のように解砕処理、分級処理を厳密に管理しなくとも、粗粒子含有量が低減された酸化セリウム系研摩材を容易に得ることができ、生産効率も向上する。

【0012】本発明における粗粒子とは、最終製品としての酸化セリウム系研摩材を構成する研摩材粒子の平均粒径よりも数倍以上大きい粒径を有するもので、 $10\mu\text{m}$ 以上の粒径を有したものをいう。この粒径 $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒子が、希土類原料を粉碎処理して得られる研摩材原料において、重量比で 500ppm を超える量含まれていると、研摩の際にキズが発生し易くなる。そして、本発明における粉碎処理では、粒径 $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒子が研摩材原料に対して 100ppm 以下の濃度になるまで希土類原料を粉碎するようにすることが、より好ましい。 100ppm 以下にすると、最終製品である酸化セリウム系研摩材中に含まれる粗粒子量が著しく減少され、研摩キズを殆ど生じなくなり、高精度の仕上げ研摩用酸化セリウム系研摩材とすることができるからである。

【0013】本発明に係る製造方法では、希土類原料の粉碎処理における粉碎方法、粉碎条件について、特に制限はない。本発明の製造方法を最も簡単に実現する粉碎方法としては、従来と同じ粉碎機を用い、研摩材原料に対する粗粒子含有量が 500ppm 以下となるまで、粉碎処理時間を長くして行えばよい。つまり、希土類原料を粉碎する際に、得られる研摩材原料中の粗粒子含有量が 500ppm 以下となるように、粉碎条件を調整して粉碎処理を行えばよいのである。

【0014】本発明の製造方法における希土類原料の粉碎処理には、ジェット粉碎機やボールミル、遊星ミル、振動ミル等を、乾式或いは湿式の区別なく適用できる。但し、乾式型ミルの場合、粉碎により形成される粒子の均一性が劣るため、粒径 $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒子が多く残留する傾向がある。それ故、乾式型ミルを採用する場合には、例えば、微粉碎されたものだけが排出されるような分級機能を兼ね備えた乾式型ミルを使用するなどによって、効率的に粗粒子含有量を低減させるようにすることが好ましい。一方、湿式型ミルの場合、粉碎により形成される粒子の均一性が優れるので、本発明の製造方法では湿式ミルを適用することが好ましいものといえる。

【0015】本発明の製造方法において湿式型ミルを用いる場合には、希土類原料と液体とを混合して作製する粉碎用スラリーの希土類原料濃度を、重量換算で $10\sim 70\text{wt}\%$ として粉碎処理を行うことが好ましい。この粉碎用スラリーは、希土類原料と、水或いは有機溶媒などの液体とを混合することにより作製されるが、この粉碎用スラリー中の希土類原料濃度は、湿式型ミルでの粉碎処理効率に大きく影響する。本発明者らが、種々の湿式型ミルを調査したところ、粉碎用スラリーの希土類原料濃度が、重量換算で $10\text{wt}\%$ 未満であると、スラリー量が多くなり、粉碎時間的に効率が悪くなる傾向が確認された。また、 $70\text{wt}\%$ を超えると、スラリーの粘度が大きくなり、スラリー作製時の混合や粉碎処理自体が難しくなることが確認された。そのため、湿式型ミルの場合には、上記希土類原料の濃度範囲の粉碎用スラリーを用いると、生産効率的に良好な粉碎処理が行えるものとなる。

【0016】また、湿式型ミルにおいて粉碎媒体としてボールを使用する場合、該ボール直径は $0.2\sim 10\text{mm}$ のものを用いることが好ましい。 0.2mm 未満の直径であると、粉碎された研摩材原料と粉碎媒体であるボールとを分離することが困難となり、粉碎媒体が研摩材原料の異物として残存する可能性が生じるためである。また、 10mm を超える直径であると、粉碎効率が悪くなり、非常に長い粉碎時間を取らなければならないからである。また、この粉碎媒体であるボールは、鋼、超硬合金、耐摩耗鋼、アルミナ、ジルコニアなどの材質からなるものを用いることが好ましい。

【0017】そして、本発明に係る製造方法においては、粉碎処理中又は粉碎処理後に、研摩材原料に含まれる粗粒子量を測定することが好ましい。本発明者等が知る限りにおいて、従来の製造方法では、希土類原料を粉碎処理して得られる研摩材原料中における粗粒子含有量を管理することが行われていたことはなく、解砕処理、或いは分級処理において粗粒子含有量を測定することが一般的に行われている。そこで、本発明のように、希土類原料の粉碎処理中又は粉碎処理後に、研摩材原料中の粗粒子含有量を測定し、粒径 $10\mu\text{m}$ 以上の粗粒子が 500ppm 以下となるように粉碎処理工程を管理すると、粗粒子含有量が低減された酸化セリウム系研摩材を、後工程の解砕処理、分級処理を比較的緩和して管理しても、生産効率よく製造することができるようになる。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施の形態を説明する。

【0019】第1実施形態：この第1実施形態では、希土類原料として酸化希土（全酸化希土含有量（以下、 TREO とする） 95% 、 TREO 中の酸化セリウム含有量 60% ）と、仮焼炭酸希土（ $\text{TREO}85\%$ 、 TRE

O中の酸化セリウム含有量60%)とをそれぞれ用い、粉碎機としては湿式タイプのアトライターを用いて粉碎処理を行った場合について示す。ここで、希土類原料である酸化希土は、中国産炭酸希土を化学処理し、900℃の仮焼処理したものである。また、希土類原料とした仮焼炭酸希土は、中国産炭酸希土を化学処理して、600℃の若干低い仮焼温度の熱処理をして、一部を酸化希土にされたものである。

【0020】そして、粉碎機であるアトライター（三井鉱山（株）社製）は、いわゆる高エネルギーボールミルと総称されるものであり、粉碎タンク容量5.4Lのものを使用した。粉碎媒体としては、直径5mmの鋼製の粉碎ボールを用いた。粉碎用スラリーは、50wt%（約850g/L）の希土類原料濃度となるように、希*

*土類原料3kgと純水3Lとを混合して作製した。

【0021】粉碎処理は、作製した粉碎用スラリーと粉碎ボール12kgとを、アトライターの粉碎タンクに投入して、タンク内に設けられたアジテータアームを250rpmで回転させて行った。上記した炭酸希土、仮焼炭酸希土のそれぞれの原料を用い、時間を変化させて粉碎処理した。そして、粉碎処理後の各研摩材原料の平均粒径及び粗粒子含有量を測定した。その結果を表1に示す。表1中、実施例1～5が炭酸希土の場合で、実施例6～10が仮焼炭酸希土の場合を示している。また、表1で示すように、粉碎処理は1時間から最長5時間までの粉碎時間とした。

【0022】

【表1】

	粉碎時間 (hr)	平均粒径 a (μ m)	平均粒径 b (μ m)	粗粒子含有量 (ppm)
実施例 1	1	2.54	1.00	12190
実施例 2	2	2.46	0.88	640
実施例 3	3	2.04	0.78	150
実施例 4	4	1.55	0.70	50
実施例 5	5	1.52	0.66	20
実施例 6	1	2.27	0.49	1440
実施例 7	2	1.98	0.46	120
実施例 8	3	1.82	0.41	30
実施例 9	4	1.57	0.41	10
実施例 10	5	1.43	0.39	<10

【0023】表1に記載する平均粒径は、粉碎処理後のスラリーを温度120℃で乾燥して粉体としたものより測定した。そして、平均粒径aは、レーザー回折を利用したマイクロトラック法により測定したもので、体積累積粒度分布度数5.0%における粒径値(D₅₀)である。また、平均粒径bは、空気透過を利用したブレン法により得られた数値である。

【0024】そして、粉碎処理後の研摩材原料における粗粒子含有量は、次のようにして測定した。まず、粉碎処理後のスラリーを均一に攪拌混合した状態にして一定容量採取し、その採取スラリーを、孔径10 μ mのマイクロシブ（販売：（社）日本粉体工業技術協会）と呼ばれる電成篩により濾過処理をし、篩上の残査を再びスラリーにして、再度、上記電成篩により濾過処理をし、その篩上の残査を120℃で乾燥し、粒径10 μ m以上の粗粒子重量を測定した。そして、この粗粒子重量値を採取容量値で割ることで、粗粒子固形分率を算出した。また、別途、一定容量採取しておいた採取スラリーを、そのまま120℃で乾燥して、採取スラリー中の全粉体重量を測定し、その全粉体重量値を採取容量値で割ることにより、スラリー中の全固形分率を算出した。このようにして得られた粗粒子固形分率と全固形分率とにより、粉碎処理後の研摩材原料中における粒径10 μ m以上の粗粒子含有量を算出した。

【0025】表1を見ると判るように、この第一実施形

態での粉碎処理条件では、炭酸希土を希土類原料とした場合、3時間程度の粉碎処理を行うと、平均粒径10 μ m以上の粗粒子含有量を500ppm以下にできることが確認された。また、仮焼炭酸希土を希土類原料とした場合では、2時間程度の粉碎処理を行うと、同じく粗粒子含有量が500ppm以下にできることが確認された。

【0026】次ぎに、この粉碎処理された実施例1～10の各研摩材原料を用いて酸化セリウム系研摩材を製造し、各研摩材の研摩特性評価を行った結果について説明する。実施例1～10の粉碎処理された各研摩材原料は、スラリーの状態で取り出し、このスラリーにフッ化アンモニウム溶液を添加し、純水で洗浄後濾過してケーキを得た。そして、このケーキを乾燥後、所定の温度で5時間焙焼処理し、解砕処理後、分級処理することで各酸化セリウム系研摩材を得た。ケーキ乾燥後の焙焼処理は、1100℃と800℃の2つの焙焼温度で行い、更に、フッ化アンモニウム溶液の濃度を変えて化学処理することにより、F（フッ素）品位が異なる酸化セリウム系研摩材を製造した。ここでの解砕処理は、アトマイザー（商品名、東京アトマイザー社製）と呼ばれる粉碎機により行い、分級処理は、乾式の縦型風力分級機を用い、焙焼温度1100℃のものは分級点10 μ mで、焙焼温度800℃のものは分級点8 μ mとして行ったものである。

【0027】以上のようにして表1に示す実施例1～10の研磨材原料を用いて酸化セリウム系研磨材を製造し、研磨試験を行い、各研磨材の研磨特性を調べた。研磨試験は、高速研磨試験機を使用し、ほう珪酸ガラス（商品名BK7）を被研磨物として、ポリウレタン製の研磨パッドを用いて研磨を行った。研磨条件は、各酸化セリウム系研磨材を水に分散させて、濃度15wt%とした研磨材スラリーを5L/minの速度で供給して、研磨面に対する圧力 $2.94 \times 10^6 \text{ Pa}$ （30kgf/cm²）、回転速度3000rpmに設定して行った。研磨時間は、1分間とした。

【0028】研磨特性の評価は、被研磨物であるほう珪*

10

*酸ガラスについて研磨前後のガラス厚みを測定し、この厚み減量を研磨値として比較することによって行った。また、研磨後のガラス表面を観察して表面の傷（キズ）の有無を確認することで行った。この研磨後のガラス表面観察は、30万ルクスのハロゲンランプを照射して、反射法にて観察を行い、傷の大きさ及びその数により点数付けするもので、100点満点からの減点方式にて評価値を定めたものである。表2には、各酸化セリウム系研磨材による研磨値及び研磨キズ評価の結果を記載している。

【0029】

【表2】

	F品位：7% 焙焼温度：1100℃			F品位：5% 焙焼温度：800℃		
	研磨値 (μm)	キズ評価 (点)	*粗粒子 含有量 (ppm)	研磨値 (μm)	キズ評価 (点)	*粗粒子 含有量 (ppm)
実施例1	35.0	60	1900	25.1	62	1300
実施例2	34.5	70	1700	24.8	71	1650
実施例3	35.2	90	850	24.9	90	720
実施例4	35.5	95	520	25.2	96	330
実施例5	34.7	97	300	25.0	98	200
実施例6	34.8	75	1500	25.0	77	1200
実施例7	35.0	93	630	25.2	94	470
実施例8	35.0	96	450	25.3	97	330
実施例9	35.1	100	150	24.8	99	110
実施例10	35.0	100	50	25.1	100	30

(*粗粒子含有量：酸化セリウム研磨材中の粒径10μm以上の粗粒子含有量)

【0030】表2で示すように、研磨値的には各研磨材の研磨特性は大きく相違しないものの、研磨材原料中の粗粒子含有量が500ppm以下（表1で示した実施例3～5、実施例7～8）のものについては、キズ評価値が80点以上であり、研磨キズの発生が抑制されていた。尚、表2で示す*印の粗粒子含有量は、酸化セリウム系研磨材中に含有される、粒径10μm以上の粗粒子量を測定した結果である。この最終製品である酸化セリウム系研磨材の*粗粒子含有量（表2）が、研磨材原料における粗粒子含有量（表1）よりも大きくなっているのがあるのは、粉碎処理後の焙焼処理によって、微粒子が凝集して、粒径10μm以上の粗粒子を多量に形成されるためである（以下に示す表3、表4についても同様）。

【0031】従来、表2に示す実施例4又は5、実施例8～10におけるキズ評価値レベル（95点以上）の酸化セリウム系研磨材は、この第1実施形態で説明した分級処理における分級点より小さく設定して分級処理を行うか、或いは、解砕処理、分級処理を繰り返し行う厳密な製造条件管理をしなければ得られないものであった。しかし、この第1実施形態の結果から判るように、セリウムを含む希土類原料を粉碎処理して得られる研磨材原料における粗粒子含有量を100ppm以下にすることによって、後工程での解砕処理、分級処理を特に厳密に行わなくとも、粗粒子含有量が低減され、高精度の研磨を実現できる酸化セリウム系研磨材が容易に得られるこ

30

40

50

とが判った。

【0032】第2実施形態：この第2実施形態では、希土類原料としてバストネサイト精鉱（TREO70%、TREO中の酸化セリウム含有量50%）を用い、粉碎機として湿式型のSCMILL（商品名「碎王」型式SC220/70：三井鉱山社製）を用いて粉碎処理を行った場合について示す。ここで、希土類原料であるバストネサイト精鉱は、バストネサイト鉱石を選鉱することによって得られたものである。

【0033】そして、粉碎機である湿式タイプのSCMILLは、大量循環型粉碎機であり、円筒形粉碎部内の攪拌ロータとその外周側に設けられたセパレータとから構成され、攪拌ロータを回転させて遠心力を発生し、粉碎媒体を外周側のセパレータ押し付け、攪拌ロータの回転運動と相まって、粉碎媒体間に強力なせん断力を発生させて粉碎処理を行うものである。粉碎媒体としては、直径0.5mmのジルコニア製の粉碎ボールを用いた。粉碎用スラリーは、50wt%（約850g/L）の希土類原料濃度となるように、希土類原料20kgと純水20Lとを混合して作製した。

【0034】粉碎処理は、作製した粉碎用スラリーを循環タンクに投入し、SCMILL粉碎機（粉碎ボール4.8kg）へ、循環タンク中の粉碎スラリーを15L/minで循環するようにして行った。粉碎処理時間は、30、60、90分間と変化させて行った（実施例11～13）。そして、各粉碎処理時間により得られた

研摩材原料の平均粒径及び粗粒子含有量を測定した。このときの平均粒径及び粗粒子含有量の測定法については、第1実施形態で説明したものと同様である。但し、この場合の粉碎処理後の粉碎スラリーには、第1実施形態で行った磁気フィルタによる磁性粒子の除去処理は行っていない。

【0035】また、各粉碎処理時間で得られた研摩材原料を用いて酸化セリウム系研摩材を製造した。この時の製造条件は、粉碎処理をした研摩材原料をスラリーの状態に取り出し、このスラリーを純水で洗浄後濾過してケーキを得て、このケーキを乾燥後、850℃で5時間焙焼処理し、解砕処理後、分級処理するものである。解砕処理、分級処理（分級点8μm）は、上記した第1実施

*形態と同様である。尚、この第2実施形態の酸化セリウム系研摩材では、バストネサイト精鉱にF（フッ素）が含まれているため、F（フッ素）の化学処理は行っていない。

【0036】そして、このようにして得られた各研摩材の研摩特性を調査した。この研摩材の研摩特性評価方法についても、上記した第1実施形態と同様であるので説明は省略する。この第2実施形態における研摩材原料の平均粒径及び粗粒子含有量測定結果と研摩特性調査結果を表3に示す。尚、表3に示す実施例11～13のF品位は全て約5.5%であった。

【0037】

【表3】

	粉碎時間 (min)	平均粒径 a (μm)	平均粒径 b (μm)	粗粒子 含有量 (ppm)	研摩値 (μm)	研' 評価 (点)	'粗粒子 含有量 (ppm)
実施例11	30	0.97	0.93	531	26	79	1020
実施例12	60	0.79	0.75	113	25	91	700
実施例13	90	0.69	0.67	81	25	93	450

（'粗粒子含有量：酸化セリウム研摩材中の粒径10μm以上の粗粒子含有量）

【0038】表3に示すように、バストネサイト精鉱を希土類原料として、SC MILLにより粉碎処理を60分間程度行うことで、研摩材原料中の粗粒子含有量が500ppm以下になり、それにより得られた酸化セリウム系研摩材では、研摩キズが低減されることが判明した。

【0039】第3実施形態：この第3実施形態では、第1実施形態で使用した酸化希土を研摩材原料として用い、粉碎機として湿式型のピーズミルを用いて粉碎処理を行った場合について示す。

【0040】そして、粉碎機である湿式型のピーズミルは、商品名ダイノミル：KDL-PILOT A型（（株）シンマルエンタープライゼス社製）を使用した。このダイノミルは、粉碎タンクとなるシリンダー容器（1.4L）を横置きにして粉碎処理を行うようになっているものである。粉碎媒体としては、直径1.25mmのジルコニア製の粉碎ボールを用いた。粉碎用スラリーは、50wt%（約850g/L）の希土類原料濃度となるように、希土類原料2kgと純水2Lとを混合して作製した。

【0041】粉碎処理は、作製した粉碎用スラリーを、設定流量0.5L/minにて、ピーズミル（粉碎ボール4.15kg）に全量通過させて、この操作を複数回

20※繰り返すことによって行った。粉碎処理時間は、この通過回数により調整し、粉碎処理時間を13、19、25分間と変化させて行った（実施例14～16）。そして、各粉碎処理時間で処理を行った粉碎処理後の研摩材原料の平均粒径及び粗粒子含有量を測定した。このときの平均粒径及び粗粒子含有量の測定法については、第1実施形態で説明したものと同様である。但し、この場合の粉碎処理後のスラリーには、第1実施形態で行った磁気フィルタによる磁性粒子の除去処理は行っていない。

【0042】また、各粉碎処理時間で得られた研摩材原料を用いて酸化セリウム系研摩材を製造した。この時の製造条件は、上記した第1実施形態の場合と同様である。尚、焙焼温度は850℃で、分級処理における分級点は8μmである。

【0043】そして、このようにして得られた酸化セリウム系研摩材の研摩特性を調査した。研摩材の研摩特性評価方法については、上記した第1実施形態と同様である。この第3実施形態における研摩材原料の平均粒径及び粗粒子含有量測定結果と研摩特性調査結果を表4に示す。尚、表4に示す実施例14～16のF品位は全て約5%であった。

【0044】

【表4】

	粉碎時間 (min)	平均粒径 a (μm)	平均粒径 b (μm)	粗粒子 含有量 (ppm)	研摩値 (μm)	研' 評価 (点)	'粗粒子 含有量 (ppm)
実施例14	13	0.90	0.91	314	26	83	1000
実施例15	19	0.84	0.84	74	25	93	430
実施例16	25	0.83	0.79	59	26	95	380

（'粗粒子含有量：酸化セリウム研摩材中の粒径10μm以上の粗粒子含有量）

【0045】表4に示すように、炭酸希土を希土類原料とし、ピーズミルにより粉碎処理を13分間程度行うことで、研摩材原料中の粗粒子濃度が500ppm以下になり、それにより得られた酸化セリウム系研摩材では、

研磨キズの発生が抑制されることが判明した。

【0046】

【発明の効果】本発明によると、解砕処理や分級処理を従来のように厳密に管理することなく、粗粒子含有量を

低減した酸化セリウム系研磨材を容易に製造することが可能となる。そのため、高精度な研磨を要求される酸化セリウム系研磨材であっても、生産効率良く製造することが可能となる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4D063 FF35 GA10 GB05 GB07 GD02
GD24 GD27
4G076 AA02 AB02 AC04 CA04 CA26
DA30